

INK FOR INKJET RECORDING

Publication Number: 2000-327974 (JP 2000327974 A) , November 28, 2000

Inventors:

- YATAKE MASAHIRO
- NAKAMURA HIROTO
- KOMATSU HIDEHIKO

Applicants

- SEIKO EPSON CORP

Application Number: 11-224597 (JP 99224597) , August 06, 1999

Priority:

- 10-223479 [JP 98223479], JP (Japan), August 06, 1998
- 10-272094 [JP 98272094], JP (Japan), September 25, 1998
- 10-302818 [JP 98302818], JP (Japan), October 23, 1998
- 10-302819 [JP 98302819], JP (Japan), October 23, 1998
- 11-067158 [JP 9967158], JP (Japan), March 12, 1999

International Class:

- C09D-011/00
- B41J-002/01
- B41M-005/00

Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject ink capable of actualizing good dryable properties and a good image on various recording media, especially a reclaimed paper by an inkjet recording method by including a water-soluble coloring matter, a water-soluble organic solvent, water and a compound having a specific structure. **SOLUTION:** This ink comprises at least (A) a coloring matter, (B) a water-soluble organic solvent, (C) water and (D) a mixture of two or more kinds of compounds of the formula [EO is ethyleneoxy; PO is propyleneoxy; T is OH or SO₃M (M is H, an alkali metal, an inorganic base or the like); m and n are each an integer; k is a natural number of ≥ 1 ; R is a group of the formula CaH_{2a-k-1} [(a) is 4-10] or the like). The n and m preferably satisfy the relation of $n/m \geq 0.5$ in the mixture of the compounds of the formula. The average molecular weight of the compound of the formula is preferably $\leq 2,000$. Preferably, the ink also contains a (di) propylene glycol monobutyl ether or the like. **COPYRIGHT:** (C)2000,JPO

JAPIO

© 2005 Japan Patent Information Organization. All rights reserved.
Dialog® File Number 347 Accession Number 6742122

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J. P.)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-327974

(P. 2 0 0 0 - 3 2 7 9 7 4 A)

(43) 公開日 平成12年11月28日 (2000. 11. 28)

(51) Int. Cl.	識別記号	F I	テマコード (参考)
C09D 11/00		C09D 11/00	2C056
B41J 2/01		B41M 5/00	E 2H086
B41M 5/00		B41J 3/04	101 Y 4J039

審査請求 未請求 請求項の数19 O L (全19頁)

(21) 出願番号	特願平11-224597	(71) 出願人	000002369 セイコーエプソン株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目4番1号
(22) 出願日	平成11年8月6日 (1999. 8. 6)	(72) 発明者	矢、竹、正、弘 長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平10-223479	(72) 発明者	中、村、弘、人 長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
(32) 優先日	平成10年8月6日 (1998. 8. 6)	(74) 代理人	100064285 弁理士 佐藤 一雄 (外3名)
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願平10-272094		
(32) 優先日	平成10年9月25日 (1998. 9. 25)		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願平10-302818		
(32) 優先日	平成10年10月23日 (1998. 10. 23)		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

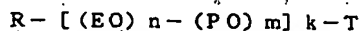
(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インク

(57) 【要約】

【課題】 種々の記録媒体、とりわけ普通紙において良好な画像を実現できるインク組成物の提供。

【解決手段】 水溶性色材と、水溶性有機溶剤と、水と、そして下記の式 (1) で表される化合物の二種以上の混合物とを少なくとも含んでなるインク組成物によれば、種々の記録媒体において良好な画像を実現できる。

【化1】

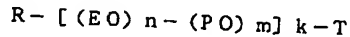


【上記式中、EOはエチレンオキシ基を表し、POはプロピレンオキシ基を表し、Tは、OH基またはSO₃Mを表し (ここで、Mは水素原子、アルカリ金属、無機塩基、または有機アミンを表す)、mおよびnは整数を表し、kは1以上の自然数を表し、Rはアルキル基を表す]

【特許請求の範囲】

【請求項1】色材と、水溶性有機溶剤と、水と、そして下記の式(1)で表される化合物の二種以上の混合物とを少くとも含んでなる、インクジェット記録用インク。

【化1】



〔上記式中、

EOはエチレンオキシ基を表し、

POはプロピレンオキシ基を表し、

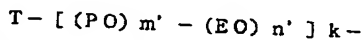
Tは、OH基またはSO₃Mを表し(ここで、Mは水素原子、アルカリ金属、無機塩基、または有機アミンを表す)、

mおよびnは整数を表し、

kは1以上の自然数を表し、

RはC_aH_{2a-k-1}(ここで、aは4~10の自然数を表す)を表すか、またはRa-C_aH_{2a-k-2}(ここで、aは4~10の自然数を表す)を表し、ここでRは下記の基を表し、

【化2】



(上記式中、EO、PO、T、およびkは上記と同じ意味を表し、n'およびm'は上記nおよびmと同じ意味を表す)

EOおよびPOは、〔 〕内においてその順序は問わず、ランダムであってもブロックであってもよく、nおよびmならびにn'およびm'をインク組成物中に含まれる式(1)の化合物の混合物の平均値としてそれぞれ表した場合、nまたはn+n'は1~10の範囲にあり、mまたはm+m'は0~5の範囲にある]

【請求項2】前記式(1)の化合物の混合物が、RがC_aH_{2a-k-1}を表し、Tが水素原子を表す式(1)の化合物の混合物である、請求項1に記載のインク。

【請求項3】前記式(1)の化合物の混合物が、RがRa-C_aH_{2a-k-2}を表し、Tが水素原子を表す式(1)の化合物の混合物である、請求項1に記載のインク。

【請求項4】前記式(1)の化合物の混合物が、RがC_aH_{2a-k-1}を表し、TがSO₃Mを表す式(1)の化合物の混合物である、請求項1に記載のインク。

【請求項5】前記式(1)の化合物の混合物が、RがC_aH_{2a-k-1}を表し、EOが-CH₂CH₂O-を表し、POが-CH(CH₃)-CH₂O-を表し、Tが水素原子を表し、R-(EO)_n-(PO)_m-Tの順で結合してなる式(1)の化合物の混合物である、請求項1に記載のインク。

【請求項6】前記式(1)の化合物の混合物が、RがC_aH_{2a-k-1}を表し、Tが水素原子を表し、R-(EO)_n-(PO)_m-Tの順で結合してなる式(1)の化合物と、

RがC_aH_{2a-k-1}を表し、Tが水素原子を表し、R-(PO)_m-(EO)_n-Tの順で結合してなる式(1)の化合物との混合物である、請求項1に記載のインク。

【請求項7】前記式(1)の化合物の混合物におけるnおよびmがn/m≥0.5を満足する、請求項1~6のいずれか一項に記載のインク。

【請求項8】前記式(1)の化合物の平均分子量が2000以下である、請求項1~7のいずれか一項に記載のインク。

【請求項9】前記式(1)の化合物の混合物が、Rがブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、またはデシル基である式(1)の化合物と、Rがブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、またはデシル基である式(1)の化合物との混合物である、請求項1~8のいずれか一項に記載のインク。

【請求項10】前記Rが直鎖状または分岐鎖状C_aH_{2a-k-1}を表す、請求項1~9のいずれか一項に記載のインク。

【請求項11】(ジ)プロピレングリコールモノブチルエーテルを0~10重量%含んでなる、請求項1~10のいずれか一項に記載のインク。

【請求項12】前記式(1)の化合物と、(ジ)プロピレングリコールモノブチルエーテルとの重量比が1:0~1:10である、請求項11に記載のインク。

【請求項13】アセチレングリコール系界面活性剤を0~5重量%含んでなる、請求項1~12のいずれか一項に記載のインク。

【請求項14】前記式(1)の化合物と、アセチレングリコール系界面活性剤との重量比が1:0~1:3である、請求項13に記載のインク。

【請求項15】ジ(トリ)エチレングリコールモノブチルエーテルを0~20重量%含んでなる、請求項1~14のいずれか一項に記載のインク。

【請求項16】前記式(1)の化合物と、ジ(トリ)エチレングリコールモノブチルエーテルとの重量比が1:0~1:10である、請求項15に記載のインク。

【請求項17】水溶性色材が水溶性染料および/または水に分散可能な水溶性顔料である、請求項1~16のいずれか一項に記載のインク。

【請求項18】インク組成物の液滴を吐出し、該液滴を記録媒体に付着させて印字を行うインクジェット記録方法であって、インク組成物として請求項1~17のいずれか一項に記載のインク組成物を用いる、インクジェット記録方法。

【請求項19】請求項18に記載のインクジェット記録方法によって記録が行われた、記録物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の背景】発明の分野

本発明は、種々の記録媒体において高い印字品質が得られるインクジェット記録用インクおよびそれを用いたインクジェット記録方法に関する。

【0002】背景技術

インクジェット記録は、微細なノズルからインク組成物を小滴として吐出して、文字や図形を記録媒体表面に記録する方法である。インクジェット記録方式としては電歪素子を用いて電気信号を機械信号に変換して、ノズルヘッド部分に貯えたインク組成物を断続的に吐出して記録媒体表面に文字や記号を記録する方法や、ノズルヘッド部分に貯えたインク組成物を吐出部分に極めて近い箇所まで急速に加熱し泡を発生させ、その泡による体積膨張で断続的に吐出することで記録媒体表面に文字や記号を記録する方法などが開発、実用化されている。

【0003】このようなインクジェット記録に用いられるインク組成物には、印字の乾燥性が良いこと、印字の滲みが少ないこと、種々の記録媒体に良好な印字が行えること、多色印字の場合に色が混じり合わないことなどの特性が要求される。

【0004】とりわけ、滲みを抑制することが高品質の画像を実現するために重要である。紙は種々の浸透性の異なる繊維からなるため滲みやすい。特に、再生紙は種々の種類の繊維からなるため、その繊維の浸透性は種々異なる。よって、滲みを抑制するためにインク組成物の記録媒体への浸透性を抑制するあるいは乾燥性を良好にするため種々の提案がなされている。

【0005】例えば、特公平 2 - 2 9 0 7 号公報記載のように湿潤剤としてグリコールエーテルを用いること、特公平 1 - 1 5 5 4 2 号公報記載のように水溶性有機溶剤を用いること、および特公平 2 - 3 8 3 7 号公報記載のように染料の溶解促進剤としてグリコールエーテルを用いること、が開示されている。

【0006】また、インクジェット記録用インクの浸透性を向上させるため、米国特許第 5 1 5 6 6 7 5 号明細書記載のようにジエチレングリコールモノブチルエーテルを添加すること、米国特許第 5 1 8 3 5 0 2 号明細書記載のようにアセチレングリコール系の界面活性剤であるサーフィノール 4 6 5 (日信化学製) を添加すること、あるいは米国特許第 5 1 9 6 0 5 6 号明細書記載のようにジエチレングリコールモノブチルエーテルとサーフィノール 4 6 5 の両方を添加すること、さらには米国特許第 2 0 8 3 3 7 2 号明細書の記載ではジエチレングリコールのエーテル類をインク組成物として用いること、などが検討、教示されている。なお、ジエチレングリコールモノブチルエーテルは当業者にはブチルカルビトールという名称で呼ばれており、例えば米国特許第 3 2 9 1 5 8 0 号明細書にその内容が記載されている。

【0007】インク組成物として顔料を用いた場合に、

インク組成物の浸透性を制御する手法として、特開昭 5 6 - 1 4 7 8 6 1 号公報記載のように顔料にトリエチレングリコールモノメチルエーテルを用いることや、特開平 9 - 1 1 1 1 6 5 号公報記載のように顔料にエチレングリコール、ジエチレングリコール、あるいはトリエチレングリコールのエーテル類を用いること等、が開示されている。

【0008】一方、加熱された記録媒体にインク組成物を印字して、溶媒成分を急速に蒸発させ、速やかにインク組成物を定着させる方法も提案されている、しかしながら、加熱により記録媒体、特に紙、に悪影響を与えるおそれがある。また、この方法は加熱による消費電力の増大という不利益も伴うものである。

【0009】

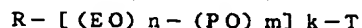
【発明の概要】本発明者等は、今般、特定構造の化合物を含んだインク組成物がインクジェット記録方法により種々の記録媒体、とりわけ再生紙において、乾燥性がよく、また滲みの少ない良好な画像を実現できるという、知見を得た。

【0010】よって、本発明は種々の記録媒体、とりわけ普通紙において良好な画像を実現できるインク組成物の提供を、その目的としている。

【0011】そして、本発明によるインクジェット記録用インクは、水溶性色材と、水溶性有機溶剤と、水と、そして下記の式 (1) で表される化合物の二種以上の混合物とを少くとも含んでなるものである。

【0012】

【化 3】



【上記式中、EO はエチレンオキシ基を表し、PO はプロピレンオキシ基を表し、T は、OH 基または SO₃ M を表し (ここで、M は水素原子、アルカリ金属、無機塩基、または有機アミンを表す)、m および n は整数を表し、k は 1 以上の自然数を表し、R は C_a - H_{2a-k-1} (ここで、a は 4 ~ 10 の自然数を表す) を表すか、または R_a - C₂ - H_{2a-k-2} (ここで、a は 4 ~ 10 の自然数を表す) を表し、ここで R_a は下記の基を表し：

【化 4】



(上記式中、EO、PO、T、および k は上記と同じ意味を表し、n' および m' は上記 n および m と同じ意味を表す)

EO および PO は、[] 内においてその順序は問わず、ランダムであってもブロックであってもよく、n および m ならびに n' および m' をインク組成物中に含まれる式 (1) の化合物の混合物の平均値としてそれぞれ表した場合、n または n + n' は 1 ~ 10 の範囲にあり、m または m + m' は 0 ~ 5 の範囲にある]

【0013】

【発明の具体的な説明】 インクジェット記録用インク

本発明におけるインクジェット記録用インクとは、モノクロ印字を行う場合にはブラックインクを意味し、さらにカラー印字を行う場合にはカラーインク、具体的にはイエローインク、マゼンタインク、およびシアンインク、更に場合によってブラックインクを意味するものとする。

【0014】式(1)の化合物

本発明において用いられるインクジェット用インクは、上記式(1)で表される化合物の二種以上の混合物を含んでなるものである。

【0015】式(1)において、EOはエチレンオキシドすなわち $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、またPOはプロピレンオキシドすなわち $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ または $-\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{O}-$ を表す。このEOおよびPOは式(1)で表される化合物の分子中において(すなわち上記式(1)中の[]内において)、存在の順序は問わず、ランダムであってもブロックであってもよい。

【0016】Tが表すSO₃M中のMは、水素原子、アルカリ金属、無機塩基、または有機アミンを表す。アルカリ金属の例としてはリチウム、ナトリウム、カリウムが挙げられる。また、無機塩基としてはアンモニアが、有機アミンとしてはモノ低級(好ましくは炭素数1~6)アルキルアミンまたはジ低級(好ましくは炭素数1~6)アルキルアミンが挙げられ、更にその具体例としてはモノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、モノイソプロパノールアミン、モノ-*s*-ブタノールアミン等が挙げられる。

【0017】式(1)においてRが表す $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ は分岐鎖であっても直鎖であってもよい。ここで、aは4~10の自然数を表す。またkはRに結合する $-(\text{EO})_n-(\text{PO})_m-$ 基の数を表すことになる。従って、例えばk=1の場合、Rは C_4H_7 。アルキル基を表すことになる。その具体例としては、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基およびデシル基が挙げられる。炭素数4~10のアルキル基であることで、良好な浸透性を有するインク組成物が得られる。上記の通り、このアルキル基は分岐鎖であっても直鎖であってもよいが、一般的に分岐鎖が好ましい。例えば、ブチル基の場合は分岐構造のイソブチル基、*t*-ブチル基である化合物を主成分として利用することで、良好な浸透性あるインク組成物が得られ、良好な品質の画像が得られる。本発明において式(1)の化合物は混合物として利用される。

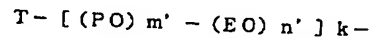
【0018】式(1)においてkは1以上の自然数を表すが、1~4程度が好ましい。すなわち、式(1)の化合物は後記するようにアルコールとエチレンオキシドやプロピレンオキシドとを反応させて得られるが、OH基

を一個含むアルコールを用いた場合kは1となり、OH基が2、3、および4個有するグリコール、トリオール、およびテトラオールを用いた場合にはkはそれぞれ2、3、および4となる。また、エチレンオキシドまたはプロピレンオキシドと反応しないOH基が存在する可能性があるが、本発明にあっては、このような未反応のOH基を有する式(1)の化合物も本発明の範囲に含まれる。

【0019】またRは、 $\text{Ra}-\text{C}_k\text{H}_{2k-2}$ を表し、この分岐鎖であっても直鎖であってもよい。また、Raは下記の基を表す。

【0020】

【化5】



上記式中、EO、PO、およびT上記と同じ意味を表し、n'およびm'は上記nおよびmと同じ意味を表す。従って、EOおよびPOは、[]内においてその順序は問わず、ランダムであってもブロックであってもよい。

【0021】本発明において、nおよびmならびにn'およびm'は、インク組成物に含まれる式(1)の化合物の混合物の平均値として表され、nまたはn'は1~10の範囲にあり、mまたはm'は0~5の範囲にある。nおよびmならびにn'およびm'を上記範囲におくことで、泡立ちの少ない、良好な浸透性あるインク組成物が得られ、良好な品質の画像が得られる。本発明の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物におけるnおよびmは、 $n/m \geq 0.5$ を満足することが好ましい。

【0022】式(1)の化合物の分子量は適宜決定されてよいが、その平均分子量は2000以下であることが好ましい。

【0023】本発明の第一の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ を表し、Tが水素原子を表す式(1)の化合物の混合物の利用が好ましい。

【0024】本発明の第二の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{Ra}-\text{C}_k\text{H}_{2k-2}$ を表し、Tが水素原子を表す式(1)の化合物の利用が好ましい。

【0025】本発明の第三の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ を表し、EOが $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、POが $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Tが水素原子を表し、R $-(\text{EO})_n-(\text{PO})_m-\text{T}$ の順で結合してなる式(1)の化合物の混合物の利用が好

【0026】本発明の第四の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ を表し、EOが $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、POが $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Tが水素原子を表し、R $-(\text{EO})_n-(\text{PO})_m-\text{T}$ の順で結合してなる式(1)の化合物の混合物の利用が好

【0027】本発明の第五の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ を表し、EOが $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、POが $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Tが水素原子を表し、R $-(\text{EO})_n-(\text{PO})_m-\text{T}$ の順で結合してなる式(1)の化合物の混合物の利用が好

【0028】本発明の第六の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ を表し、EOが $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、POが $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Tが水素原子を表し、R $-(\text{EO})_n-(\text{PO})_m-\text{T}$ の順で結合してなる式(1)の化合物の混合物の利用が好

【0029】本発明の第七の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ を表し、EOが $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、POが $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Tが水素原子を表し、R $-(\text{EO})_n-(\text{PO})_m-\text{T}$ の順で結合してなる式(1)の化合物の混合物の利用が好

【0030】本発明の第八の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ を表し、EOが $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、POが $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Tが水素原子を表し、R $-(\text{EO})_n-(\text{PO})_m-\text{T}$ の順で結合してなる式(1)の化合物の混合物の利用が好

【0031】本発明の第九の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、Rが $\text{C}_k\text{H}_{2k-1}$ を表し、EOが $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、POが $-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{O}-$ を表し、Tが水素原子を表し、R $-(\text{EO})_n-(\text{PO})_m-\text{T}$ の順で結合してなる式(1)の化合物の混合物の利用が好

ましい。

【0027】本発明の第五の好ましい態様によれば、式(1)の化合物の混合物として、RがC、H₂、-k-を表し、Tが水素原子を表し、R-(EO)_n-(PO)_m-Tの順で結合してなる式(1)の化合物と、RがRがC、H₂、-k-を表し、Tが水素原子を表し、R-(PO)_m-(EO)_n-Tの順で結合してなる式(1)の化合物との混合物の利用が好ましい。

【0028】式(1)の化合物は、対応する構造を有するアルコールを出発原料として、アルカリ等の雰囲気下でエチレンオキシドやプロピレンオキシドを目標モル量付加することによって得ることができる。こうして得られた式(1)の化合物は式(1)で表される化合物の二種以上の混合物であることが一般的である。

【0029】また、製造にあたり利用したアルコールは残留しないことが望ましく、残留しても1重量%以下とすることが好ましい。1重量%以下であれば、ヘッドのノズル面でのぬれが発生して印字劣化を生じやすくなり、アルコール臭の発生などの問題が生じないからである。

【0030】(ジ)プロピレングリコールモノブチルエーテル

本発明の好ましい態様によれば、本発明によるインク組成物は、(ジ)プロピレングリコールモノブチルエーテルを含んでなることが好ましい。(ジ)プロピレングリコールモノブチルエーテルを含むことで、より浸透性の高いインク組成物を得ることができる。その添加量は浸透性の効果が得られる範囲で適宜決定されてよいが、0~10重量%程度が好ましく、より好ましくは0.5~5重量%である。

【0031】更に本発明の好ましい態様によれば、上記式(1)の化合物と、(ジ)プロピレングリコールモノブチルエーテルとの重量比が1:0~1:10である範囲で添加されることが好ましい。

【0032】アセチレングリコール系界面活性剤

本発明の好ましい態様によれば、本発明によるインク組成物は、アセチレングリコール系界面活性剤を含んでなることが好ましい。アセチレングリコール系界面活性剤の添加によって、更に良好な印字品質の画像を実現するインク組成物が得られる。その添加量は適宜決定されてよいが、5重量%以下程度が好ましく、より好ましくは0.1~2重量%程度である。

【0033】更に本発明の好ましい態様によれば、上記式(1)の化合物と、アセチレングリコール系界面活性剤との重量比が1:0~1:3である範囲で添加されることが好ましい。

【0034】アセチレングリコール系の界面活性剤として、市販品を利用することも可能であり、例えばサーフイノール465、TG、104(エアプロダクツ社)

およびそれらの変成物を添加することができる。

【0035】ジ(トリ)エチレングリコールモノブチルエーテル

本発明の好ましい態様によれば、本発明によるインク組成物は、ジ(トリ)エチレングリコールモノブチルエーテルを含んでなることが好ましい。ジ(トリ)エチレングリコールモノブチルエーテルの添加によって、更に良好な印字品質の画像を実現するインク組成物が得られる。その添加量は適宜決定されてよいが、20重量%以下程度が好ましい。

【0036】更に本発明の好ましい態様によれば、上記式(1)の化合物と、ジ(トリ)エチレングリコールモノブチルエーテルとの重量比が1:0~1:10である範囲で添加されることが好ましい。

【0037】色材

本発明におけるインクに含まれる色剤は、染料、顔料のいずれであってもよい。

【0038】染料としては、直接染料、酸性染料、食用染料、塩基性染料、反応性染料、分散染料、建染染料、可溶性建染染料、反応分散染料、などインクジェット記録に使用する各種染料を使用することができる。

【0039】顔料としては、特別な制限なしに無機顔料、有機顔料を使用することができる。無機顔料としては、酸化チタンおよび酸化鉄に加え、コンタクト法、ファース法、サーマル法などの公知の方法によって製造されたカーボンブラックを使用することができる。また、有機顔料としては、アゾ顔料(アゾレーキ、不溶性アゾ顔料、縮合アゾ顔料、キレートアゾ顔料などを含む)、多環式顔料(例えば、フタロシアニン顔料、ペリレン顔料、ペリノン顔料、アントラキノン顔料、キナクリドン顔料、ジオキサジン顔料、チオインジゴ顔料、イソインドリノン顔料、キノフラロン顔料など)、染料キレート(例えば、塩基性染料型キレート、酸性染料型キレートなど)、ニトロ顔料、ニトロソ顔料、アニリンブラックなどを使用できる。

【0040】本発明において好ましく用いられる顔料とは、その表面に、カルボニル基、カルボキシル基、ヒドロキシル基、またはスルホン基の少なくとも一種の官能基またはその塩が結合するような表面処理により、分散剤なしに水に分散および/または溶解が可能とされたものである。具体的には、真空プラズマなどの物理的処理や化学的処理により、官能基または官能基を含んだ分子をカーボンブラックに表面にグラフトさせることによって得ることができる。本発明において、一つのカーボンブラック粒子にグラフトされる官能基は単一でも複数種であってもよい。グラフトされる官能基の種類およびその程度は、インク組成物中の分散安定性、色濃度、およびインクジェットヘッド前面での乾燥性等を考慮しながら適宜決定されてよい。

【0041】本発明において、顔料が分散剤なしに水中

に安定に存在している状態を「分散および／または溶解」と表現する。物質が溶解しているか、分散しているかを明確に区別することが困難な場合も少なくない。本発明にあつては、分散剤なしに水中に安定に存在する顔料である限り、その状態が分散か、溶解かを問わず、そのような顔料を利用することが可能である。よって、本明細書において、分散剤なしに水中に安定に存在する顔料を水溶性顔料ということがあるが、顔料が分散状態にあるものまでも排除することを意味するものではない。

【0042】本発明の好ましい態様によれば、平均粒径50～200nmで分散度10以下を有する顔料分散液として利用されるのが好ましい。

【0043】本発明において好ましく用いられる上記顔料は、例えば特開平8-3498号公報記載の方法によって得ることができる。また、上記顔料として市販品を利用することも可能であり、好ましい例としてはオリエン化学工業株式会社製のマイクロジェットCW1が挙げられる。

【0044】インク組成物への顔料の添加量は、3～30重量%が好ましく、より好ましくは5～17重量%程度である。

【0045】水溶性有機溶媒

本発明によるインク組成物に含まれる水溶性有機溶媒の例としては、エタノール、メタノール、ブタノール、プロパノール、イソプロパノールなどの炭素数1から4のアルキルアルコール類、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリエチレングリコールモノブチルエーテル、エチレングリコールモノ-*t*-ブチルエーテル、ジエチレングリコールモノ-*t*-ブチルエーテル、1-メチル-1-メトキシブタノール、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノ-*t*-ブチルエーテル、プロピレングリコールモノ-*n*-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-*i*-s-o-プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-*n*-プロピルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-*i*-s-o-プロピルエーテル、プロピレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテルなどのグリコ

ルエーテル類、ホルムアミド、アセトアミド、ジメチルスルホキシド、ソルビット、ソルビタン、アセチン、ジアセチン、トリアセチン、スルホランなどが挙げられる。

【0046】インク組成物への水性有機溶剤の添加量は、1～30重量%が好ましく、より好ましくは3～15重量%程度である。

【0047】水およびその他の成分

本発明によるインク組成物において、水は主溶媒である。水は、イオン交換水、限外濾過水、逆浸透水、蒸留水等の純水、または超純水を用いることができる。また、紫外線照射、または過酸化水素添加などにより滅菌した水を用いることにより、インク組成物を長期保存する場合にカビやバクテリアの発生を防止することができるので好適である。

【0048】本発明における好ましい態様によれば、インクには水溶性のグリコール類を添加することが好ましい。水溶性のグリコール類の好ましい例としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、分子量2000以下のポリエチレングリコール、1、3-プロピレングリコール、イソプロピレングリコール、イソブチレングリコール、1、4-ブタンジオール、1、3-ブタンジオール、1、5-ペンタンジオール、1、6-ヘキサンジオール、グリセリン、メソエリスリトール、ペンタエリスリトールなどがある。水溶性のグリコール類は、インクのノズル前面での乾燥を抑える効果がある。

【0049】インク組成物へのグリコール類の添加量は、1～30重量%が好ましく、より好ましくは3～15重量%程度である。

【0050】本発明における好ましい態様によれば、インクには多くの種類の糖類を用いることもできる。用いる糖類の好ましい例は、単糖類および多糖類があり、より具体的にはグルコース、マンノース、フルクトース、リボース、キシロース、アラビノース、ラクトース、ガラクトース、アルドン酸、グルシトース、マルトース、セロビオース、スクロース、トレハロース、マルトトリオース等の他にアルギン酸およびその塩、シクロデキストリン類、セルロース類などがある。この糖類のインクへの添加量は0.05%～30%程度が好ましい。

【0051】糖類を添加することでインクがヘッドの先端で乾燥して詰まるという目詰まり現象を回避することができる。なお、上記例の中で一般的な糖類である単糖類および多糖類のインクへの添加量は3～20%程度が好ましい。また上記例の中でアルギン酸およびその塩、シクロデキストリン類、セルロース類のインクへの添加量は、インクの低粘度性を保持し適切な印字ができる程度の添加量にする必要がある。

【0052】また、本発明における好ましい態様によ

ば、インク組成物は界面活性剤を含んでなることができる。界面活性剤はインク組成物の他の成分との相溶性のよいものが好ましく、界面活性剤のなかでも浸透性が高く安定なものがよい。その好ましい例としては、両性界面活性剤、非イオン界面活性剤などが挙げられる。両性界面活性剤としては、例えばラウリルジメチルアミノ酢酸ベタイン、2-アルキル-N-カルボキシメチル-N-ヒドロキシエチルイミダゾリウムベタイン、ヤシ油脂肪酸アミドプロピルジメチルアミノ酢酸ベタイン、ポリオクチルポリアミノエチルグリシンその他イミダゾリン誘導体などが挙げられる。非イオン界面活性剤としては、例えばポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル、ポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテルなどのエーテル系、ポリオキシエチレンオレイン酸、ポリオキシエチレンオレイン酸エステル、ポリオキシエチレンジステアリン酸エステル、ソルビタンラウレート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタンモノオレエート、ソルビタンセスキオレート、ポリオキシエチレンモノオレエート、ポリオキシエチレンステアレートなどのエステル系、その他フッ素アルキルエステル、パーフルオロアルキルカルボン酸塩などの含フッ素系界面活性剤などが挙げられる。

【0053】インク組成物への界面活性剤の添加量は、0.01～5重量%が好ましく、より好ましくは0.1～3重量%程度である。

【0054】本発明の好ましい態様によれば、本発明による色材が顔料の場合、さらにインクにエマルジョンを含んでなるのが好ましい。このエマルジョンの添加によって印字の定着性および耐擦性を改善することが出来る。このエマルジョンは、連続相が水であり、分散相がアクリル酸樹脂、メタクリル酸樹脂、スチレン樹脂、ウレタン樹脂、アクリルアミド樹脂、エポキシ樹脂あるいはこれらの混合形であるものが好ましい。特に、分散相がアクリル酸および/またはメタクリル酸を主成分とする樹脂からなるのが好ましい。これら樹脂は、共重合の態様によっては制限されず、例えばブロックコポリマ、ランダムコポリマなどであることができる。さらに本発明によるインクに用いられるエマルジョンは、膜形成能を有し、好ましくは室温以下の最低造膜温度を有するものであることが好ましく、より好ましくは0℃以上20℃以下の温度である。

【0055】本発明の好ましい態様によれば、エマルジョンの樹脂成分は、コア部とそれを取り巻くシェル部からなるコアシェル型構造の樹脂粒子であるのが好ましい。例えば、コア部にインクの指触性や定着性を向上できる樹脂成分を導入し、シェル部に樹脂粒子をインク中

に安定に存在させる樹脂成分を導入するとの構成を採用することが出来る。本発明の好ましい態様によれば、シェル部は架橋構造またはコア部よりベンゼン核の多い構造を有する樹脂からなるのが好ましい。

【0056】シェル部を形成する物質としては、スチレン、テトラヒドロフルフリルアクリレート、ブチルメタクリレート、(α、2、3または4)-アルキルスチレン、(α、2、3または4)-アルコキシスチレン、3、4-ジメチルスチレン、α-フェニルスチレン、ジビニルベンゼン、ビニルナフタレン、ジメチルアミノ(メタ)アクリレート、ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ジメチルアミノプロピルアクリルアミド、N、N-ジメチルアミノエチルアクリレート、アクリロイモルフオリン、N、N-ジメチルアクリルアミド、N-イソプロピルアクリルアミド、N、N-ジエチルアクリルアミド、メチル(メタ)アクリレート、エチル(メタ)アクリレート、プロピル(メタ)アクリレート、エチルヘキシル(メタ)アクリレート、その他のアルキル(メタ)アクリレート、メトキシジエチレングリコール(メタ)アクリレート、ジエチレングリコールまたはポリエチレングリコールのエチルエステル、プロピルエステルまたはブチルエステルの(メタ)アクリレート、シクロヘキシル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、フェノキシエチル(メタ)アクリレート、イソボニル(メタ)アクリレート、ヒドロキシアルキル(メタ)アクリレート、含フッ素、含塩素、含珪素(メタ)アクリレート、(メタ)アクリルアミド、マレイン酸アミド等が挙げられる。

【0057】また上記の(メタ)アクリル酸に加え、架橋構造を導入する場合、(モノ、ジ、トリ、テトラ、ポリ)エチレングリコールジ(メタ)アクリレート、1，4-ブタンジオール、1，5-ペンタンジオール、1，6-ヘキサジオール、1，8-オクタンジオールおよび1，10-デカンジオール等の(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、グリセリン(ジ、トリ)(メタ)アクリレート、ビスフェノールAまたはFのエチレンオキシド付加物のジ(メタ)アクリレート、ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールテトラ(メタ)アクリレート、ジペンタエリスリドールヘキサ(メタ)アクリレート等を用いることができる。

【0058】また、コア部の形成においても前述のシェル部を形成する物質を用いることができる。

【0059】このような高分子微粒子を形成するために用いる乳化剤としては、慣用されているラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸カリ、アニオン界面活性剤、非イオン界面活性剤、および両性界面活性剤を用いることができる。

【0060】重合開始剤としては、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウム、過硫酸水素、アゾビスイソブチロニ

トリル、過酸化ベンゾイル、過酸化ジブチル、過酢酸、クメンヒドロパーオキシド、*t*-ブチルヒドロキシパーオキシド、パラメンタンヒドロキシパーオキシドなどを用いることができる。

【0061】重合のための連鎖移動剤としては、*t*-ードデシルメルカプタン、*n*-ードデシルメルカプタン、*n*-オクチルメルカプタン、キサントゲン類であるジメチルキサントゲンジスルフィド、ジイソブチルキサントゲンジスルフィド、ジペンテン、インデン、1, 4-シクロヘキサジエン、ジヒドロフラン、キサントゲン等を用いることができる。

【0062】本発明の好ましい態様によれば、エマルジョンの分子量は1000以上であるのが好ましく、より好ましくは10,000~100,000程度である。

【0063】本発明において用いられるエマルジョンとして市販品を利用することも可能であり、例えば三井東圧社製のZ116を挙げることができる。

【0064】このエマルジョンの添加量は適宜決定されてよいが、例えば0.5~10重量%程度が好ましく、より好ましくは3~5重量%程度である。

【0065】本発明によるインク組成物は、上記以外の成分として、防腐剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、導電率調整剤、pH調整剤、粘度調整剤、表面張力調整剤、酸素吸収剤、ノズルの目詰まり防止剤等をさらに含んでなることができる。

【0066】また、本発明においては、インクに防腐剤または防かび剤として安息香酸ナトリウム、ペンタクロロフェノールナトリウム、2-ピリジンチオール-1-オキサイドナトリウム、ソルビン酸ナトリウム、デヒドロ酢酸ナトリウム、1, 2-ジベンゾチアゾリン-3-オン(ICI社のプロキセルCRL、プロキセルBDN、プロキセルGXL、プロキセルXL-2、プロキセルTN)などを用いることができる。

【0067】インクにpH調整剤、溶解助剤、または酸化防止剤としてジエタノールアミン、トリエタノールアミン、プロパノールアミン、モルホリンなどのアミン類およびそれらの変成物、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウムなどの無機塩類、水酸化アンモニウム、4級アンモニウム水酸化物(テトラメチルアンモニウムなど)、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸リチウムなどの炭酸塩類その他燐酸塩など、あるいは*N*-メチル-2-ピロリドン、尿素、チオ尿素、テトラメチル尿素などの尿素類、アロハネート、メチルアロハネートなどのアロハネート類、ピウレット、ジメチルピウレット、テトラメチルピウレットなどのピウレット類など、*L*-アスコルビン酸およびその塩などを用いることができる。

【0068】酸化防止剤および紫外線吸収剤の例としてはチバガイギーのTinuvin 328、900、1130、384、292、123、144、622、77

0、292、Irgacor 252、153、Irganox 1010、1076、1035、MD1024など、あるいはランタニドの酸化物などが挙げられる。

【0069】粘度調整剤として、ロジン類、アルギン酸類、ポリビニルアルコール、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、メチルセルロース、ポリアクリル酸塩、ポリビニルピロリドン、アラビアゴムスターチなどを用いることができる。

【0070】インクジェット記録方法およびその装置
本発明によるインク組成物が用いられるインクジェット記録方法は、インク組成物の液滴を吐出し、この液滴を記録媒体に付着させて印字を行う記録方法を意味する。このようなインクジェット記録方法の例としては、例えば電歪素子を用いて電気信号を機械信号に変換して、ノズルヘッド部分に貯えたインクを断続的に吐出して記録媒体表面に文字や記号を記録する方法、ノズルヘッド部分に貯えたインクを吐出部分に極めて近い箇所急速に加熱し泡を発生させ、その泡による体積膨張で断続的に吐出することで記録媒体表面に文字や記号を記録する方法が挙げられる。本発明の好ましい態様によれば、本発明によるインク組成物は、電歪素子を用いたインクジェット記録方法に好ましく用いられる。ヘッド部を加熱する方法ではインクに含まれる色剤やその他の成分が分解されてヘッドが詰まりやすくなってしまふおそれがあるからである。

【0071】本発明によるインクのように顔料を着色剤としうる固形物の量が比較的多いインクでは、長時間吐出しないノズルはノズル前面でインクが乾燥して増粘し易く印字が乱れる現象がでやすい。そこで、インクをノズルの前面で吐出しない程度に微動させることによって、インクが攪拌されてインクの吐出を安定的に行なうことができる。微動方法としてはインクを吐出する加圧手段をインクが吐出しない程度に加圧制御することにより生成できる。この様な制御を行う場合、加圧手段として電歪素子を用いるのが、その制御の容易さゆえ好ましい。また、この機構を用いることで、インク中の顔料濃度を多くすることができるので、顔料インクで色濃度が高く、しかも安定的にインクを吐出することが可能になる。

【0072】また、インクジェット記録装置においてノズル面において上記微動を行なう場合、顔料の含有量が5%~15重量%程度のインク組成物に対して効果的であり、より好ましくは7%~10重量%程度のインク組成物である。

【0073】また、本発明によるインク組成物は、ポリウレタンフォームを充填し、インクとウレタンフォームが接する構造とされたインクタンクに充填されて利用に供されてよい。この場合、ウレタンフォームには本発明で用いるとよいとするグリコールエーテル類やアセチレ

ングリコール系の界面活性剤が吸着される。したがって、その吸着される量を考慮して過剰に添加してことがよい。また、ウレタンフォームは本発明によるインク組成物を用いることによって負圧を確保することができ、しかも、本発明で用いるインクの各成分によって分解されたり異物を発生させて目詰まりの要因となることが少ない。このウレタンフォームの硬化触媒には金属塩やカチオン系を含むものは用いず、トリレンジイソシアネート、メタキシリレンジイソシアネート等の多官能イソシアネートと平均分子量300から3000程度のポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコール等のグリコール類、グリセリン、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール、ネオペンチルグリコール、プロピレングリコール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオールなど複数のヒドロキシ基を有する物質からなるウレタンフォームを用いることがフォーム形状の安定性による負圧確保、および化学的安定性の観点から好ましい。

【0074】なお、アセチレングリコール系界面活性剤を利用する際、ポリウレタンフォームはアセチレングリコール系界面活性剤の一部を吸着する。従って、アセチレングリコール系界面活性剤をインク組成物に添加する場合には、ウレタンフォームに吸着される量を考慮してインク組成物の組成を決定する必要がある点で留意が必要である。

【0075】さらに本発明の好ましい態様によれば、インク液滴を吐出するノズルとして、撥水性表面の先端を有するノズルを用いて、本発明によるインク組成物が印刷されることが好ましい。より具体的には、ノズルの先端が、ステンレス材を基材とし、その上にテトラフルオロエチレンとニッケルとの共析メッキを施し熱処理を行って撥水層を形成させた構造とされたものが好ましい。また、ニッケルに代えて、クロム、チタン、金、白金、銀、イリジウムなどの耐酸化性の高い金属との共析メッキの利用も好ましい。本発明によるインク組成物と、このようなノズルを組み合わせることで長期間安定した連続印字を実現することができる。

【0076】本発明のより好ましい態様によれば、インク組成物のノズルの先端の撥水性表面に対する接触角が、通常のプリンタの運転温度（例えば、15℃から60℃）において、50°以上であることが好ましい。この態様によれば、印字品質の向上とさらに連続印字が可能となる。

【0077】

【実施例】以下の記載において、下記の略号を使用する。

【0078】DEGmBE：ジエチレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル

DMI：1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン

PGmBE：プロピレングリコールモノ-*n*-ブチルエ

ーテル

MPD：2-メチル-2,4-ペンタンジオール

DPGmBE：ジプロピレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル

TEGmBE：トリエチレングリコールモノ-*n*-ブチルエーテル

また、以下において*n*、*m*、*n'*、および*m'*の値は、系中に存在する式(1)の化合物の重量基準の平均値である。

【0079】高分子微粒子の調製

以下の例において用いた高分子微粒子A～Dを次のようにして調製した。

【0080】高分子微粒子A

滴下装置、温度計、水冷式還流コンデンサー、および攪拌機を備えた反応容器に、イオン交換水100部を入れ、攪拌しながら窒素雰囲気70℃で、重合開始剤である過流酸カリを0.2部を添加した。イオン交換水7部に、ラウリル硫酸ナトリウム0.05部、スチレン5部、テトラヒドロフルフリルアクリレート6部、ブチルメタクリレート5部、およびt-ブチルメルカプタン0.02部を入れたモノマー溶液を調製し、この溶液を反応容器に70℃で滴下して反応させて1次物質を作成した。この1次物質に、過流酸アンモニウム10%溶液2部を添加して攪拌し、さらにイオン交換水30部、ラウリル硫酸カリ0.2部、スチレン30部、ブチルメタクリレート15部、ブチルアクリレート16部、アクリル酸2部、1,6-ヘキサジオールジメタクリレート1部、t-ブチルメルカプタン0.5部よりなる反応液を70℃で攪拌しながら添加して重合反応させた。その後、アンモニアで中和し、pH8～8.5とし、0.3μmのフィルターでろ過して、高分子微粒子Aをエマルジョンとして得た。

【0081】高分子微粒子B

滴下装置、温度計、水冷式還流コンデンサー、および攪拌機を備えた反応容器に、イオン交換水100部を入れ、攪拌しながら窒素雰囲気70℃で、重合開始剤である過流酸カリを0.2部を添加した。イオン交換水7部に、ラウリル硫酸ナトリウム0.05部、スチレン10部、ブチルメタクリレート10部、およびt-ブチルメルカプタン0.02部を入れたモノマー溶液を調製し、この溶液を反応容器に70℃で滴下して反応させて1次物質を作成した。この1次物質に、過流酸アンモニウム10%溶液2部を添加して攪拌し、さらにイオン交換水30部、ラウリル硫酸カリ0.2部、スチレン35部、ブチルメタクリレート25部、アクリル酸10部、ビスフェノールAジメタクリレート1部、およびt-ブチルメルカプタン0.5部よりなる反応液を70℃で攪拌しながら添加して重合反応させた。その後、アンモニアで中和し、pH8～8.5とし、0.3μmのフィルターでろ過して、高分子微粒子Bをエマルジョンとして得

た。

【0082】高分子微粒子C

滴下装置、温度計、水冷式還流コンデンサー、および攪拌機を備えた反応容器に、イオン交換水100部を入れ、攪拌しながら窒素雰囲気70℃で、重合開始剤である過流酸カリを0.2部を添加した。イオン交換水7部に、ラウリル硫酸ナトリウム0.05部、スチレン15部、ベンジルメタクリレート6部、ブチルメタクリレート10部、および ϵ -ドデシルメルカプタン0.02部を入れたモノマー溶液を調製し、この溶液を反応容器に70℃で滴下して反応させて1次物質を作成した。この1次物質に、過流酸アンモニウム10%溶液2部を添加して攪拌し、さらにイオン交換水30部、ラウリル硫酸カリ0.2部、スチレン30部、ブチルメタクリレート15部、アクリル酸10部、トリエタノールプロパントリメタクリレート1部、1,6-ヘキサジオールジメタクリレート1部、および ϵ -ドデシルメルカプタン0.5部よりなる反応液を70℃で攪拌しながら添加して重合反応させた。その後、アンモニアで中和し、pH8~8.5とし、0.3 μ mのフィルターでろ過して、高分子微粒子CをエマルジョンCとして得た。

【0083】高分子微粒子D

滴下装置、温度計、水冷式還流コンデンサー、および攪拌機を備えた反応容器に、イオン交換水100部を入れ、攪拌しながら窒素雰囲気70℃で、重合開始剤である過流酸カリを0.2部を添加した。イオン交換水7部に、ラウリル硫酸ナトリウム0.05部、スチレン15部、ブチルメタクリレート15部および ϵ -ドデシルメルカプタン0.02部を入れたモノマー溶液を調製し、この溶液を反応容器に70℃で滴下して反応させて

実施例A1

水溶性顔料1 (105)
式(1)の化合物A1
DEGmBE
高分子微粒子A
グリセリン
1,5-ペンタンジオール
トリエタノールアミン
イオン交換水

式(1)の化合物A1は、Rがネオペンチル基であり、nが3であり、mが1.5である式(1)の化合物である。

【0089】実施例A2

水溶性顔料2 (85) 4.5
式(1)の化合物A2 10.0
高分子微粒子A 3.0
ジブピレングリコール 5.0
サーフィノール465 1.2
トリエタノールアミン 0.9
イオン交換水 残量

1次物質を作成した。この1次物質に、過流酸アンモニウム10%溶液2部を添加して攪拌し、さらにイオン交換水30部、ラウリル硫酸カリ0.2部、スチレン30部、ブチルメタクリレート15部、ジベンタエリスリトールヘキサメタクリレート1部、および ϵ -ドデシルメルカプタン0.6部よりなる反応液を70℃で攪拌しながら添加して重合反応させた。その後、アンモニアで中和し、pH8~8.5とし、0.3 μ mのフィルターでろ過して高分子微粒子Dをエマルジョンとして得た。

10 【0084】実施例A

インク組成物の調製

以下の実施例における水溶性顔料1~4は、粒径10~300nmのカーボンブラックの表面に、酸化処理により末端がカルボニル基、カルボキシル基、ヒドロキシル基、および/またはスルホン基を有する基を有した水溶性顔料を意味する。また、水溶性顔料の平均粒径はカッコ内にnm単位で示される通りであった。

【0085】また、以下の実施例Aにおいて用いた式(1)の化合物はTが水素原子の化合物である。

20 【0086】また、以下において水溶性染料1はダイレクトブラック154、水溶性染料2はダイレクトイエロー132、水溶性染料3はダイレクトブルー86、水溶性染料4はアシッドレッド52である。

【0087】また、以下の全てのインク組成物には、インクの腐食防止のためプロキセルXL-2を0.1から1重量%、インクジェットヘッド部材の腐食防止のためベンゾトリアゾールを0.001から0.05重量%添加した。

【0088】

添加量 (重量%)

5.0
8.0
2.0
3.0
6.0
5.0
0.8

残量

40 式(1)の化合物A2は、Rが ϵ -ブチル基であり、nが3であり、mが1.3である式(1)の化合物である。

【0090】実施例A3

水溶性顔料3 (90) 5.5
式(1)の化合物A3 10.0
高分子微粒子B 10.0
ジエチレングリコール 7.0
チオジグリコール 3.5
1,6-ヘキサジオール 5.0
トリエタノールアミン 1.0

水酸化カリウム 0.1
イオン交換水 残量
式(1)の化合物A3は、Rが1,3-ジメチルブチル基であり、nが3であり、mが1.5である式(1)の化合物である。

【0091】実施例A4

水溶性顔料4(80) 5.0
水溶性染料1 1.0
式(1)の化合物A4 8.0
TEGmBE 3.0
高分子微粒子C 1.0
ジエチレングリコール 3.0
1,5-ペンタンジオール 2.0
ジメチル-2-イミダゾリジノン 2.0
安息香酸ナトリウム 0.1
トリエタノールアミン 0.7
イオン交換水 残量
式(1)の化合物A4は、Rがイソブチル基であり、nが3であり、mが0.5である式(1)の化合物である。

【0092】実施例A5

水溶性顔料1(105) 3.0
水溶性染料1 1.0
式(1)の化合物A5 7.0
DEGmBE 2.0
高分子微粒子D 1.0
グリセリン 14.0
トリエタノールアミン 0.9
イオン交換水 残量
式(1)の化合物A5は、Rがn-ヘキシル基であり、nが4であり、mが2である式(1)の化合物50重量%と、Rが2-エチルヘキシル基であり、nが4であり、mが0である式(1)の化合物50重量%の混合物である。

【0093】実施例A6

水溶性染料2 5.0
式(1)の化合物A6 6.0
TEGmBE 4.0
グリセリン 15.0
チオジグリコール 2.0
1,5-ペンタンジオール 1.0
トリエタノールアミン 0.9
イオン交換水 残量
式(1)の化合物A6は、Rが1,1-ジメチルブチル基であり、nが4であり、mが1である式(1)の化合物である。

【0094】実施例A7

水溶性染料3 5.0
式(1)の化合物A7 10.0
DEGmBE 3.0

グリセリン 5.0
トリメチロールプロパン 1.0
トリメチロールエタン 1.0
サーフィノール465 1.0
トリエタノールアミン 0.5
KOH 0.05
イオン交換水 残量
式(1)の化合物A7は、Rが1,3-ジメチルブチル基であり、nが3であり、mが1である式(1)の化合物50重量%と、Rがn-ヘプチル基であり、nが3.5であり、mが1である式(1)の化合物50重量%との混合物である。

【0095】実施例A8

水溶性染料4 5.5
式(1)の化合物A8 6.0
グリセリン 5.0
ジエチレングリコール 5.0
テトラプロピレングリコール 5.0
トリエタノールアミン 0.9
KOH 0.1
イオン交換水 残量
式(1)の化合物A8は、Rがネオペンチル基であり、nが1.0であり、mが0.3である式(1)の化合物50重量%と、Rがn-ペンチル基であり、nが2.5であり、mが1.0である式(1)の化合物30重量%と、Rがイソペンチル基であり、nが3.0であり、mが1.5である式(1)の化合物20重量%との混合物である。

【0096】比較例A

以下の比較例において、水溶性顔料とは、ランダム共重合型スチレンアクリル酸系分散剤を用いて分散させたカーボンブラックを意味し、その平均粒径はカッコ内にnm単位で()中に示される通りであった。

【0097】比較例1

水溶性顔料9(90) 5.0
グリセリン 10.0
分散剤 3.0
非イオン系界面活性剤 1.0
イオン交換水 残量

【0098】比較例2

水溶性染料(フードブラック2) 5.5
DEGmME 7.0
ジエチレングリコール 10.0
2-ピロリドン 5.0
イオン交換水 残量

【0099】比較例3

水溶性顔料11(110) 5.5
水溶性染料(フードブラック2) 2.5
ジエチレングリコール 10.0
非イオン系界面活性剤 1.0

イオン交換水

残量

【0100】印字評価試験

上記の実施例 A 1～8 および比較例 A 1～3 のインク組成物によって、インクジェットプリンター MJ-930C（セイコーエプソン株式会社製）を用いて、キャラクターの印字を行った。評価に用いた紙は、ヨーロッパ、アメリカ、および日本で市販されている普通紙である、Conqueror 紙、Favorit 紙、Modo Copy 紙、Rapid Copy 紙、EPSON EPP 紙、Xerox 4024 紙、Xerox 10 紙、Neenah Bond 紙、Ricopy 620 紙、やまゆり紙、および Xerox R 紙である。

【0101】得られた印刷物のにじみの程度を下記の基

準で評価した。

【0102】評価は、10～50mg の球状のインク滴が紙表面上で円形に広がったと仮定して、そのインク滴で形成される形状の内接円の半径 r_1 と外接円の半径 r_2 との比 r_2/r_1 の値を比較した。その結果を以下の基準で評価した。

【0103】評価 A : $r_2/r_1 \leq 2.0$

評価 B : $2.0 < r_2/r_1 \leq 4.0$

評価 C : $4.0 < r_2/r_1 \leq 6.0$

評価 D : $6.0 < r_2/r_1$

その結果は、下記の表に示される通りであった。

【0104】

【表1】

	実 施 例 A								比較例 A		
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3
Conqueror	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C	C
Favorit	A	A	A	A	A	A	A	A	D	D	D
Modo Copy	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D
Rapid Copy	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D
EPSON EPP	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C	D
Xerox P	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D
Xerox 4024	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D
Xerox 10	A	A	A	A	A	A	A	A	B	D	D
Neenah Bond	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D
Ricopy 6200	A	A	A	A	A	A	A	A	B	C	D
Yamayuri	A	A	A	A	A	A	A	A	D	D	D
Xerox R	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D

【0105】実施例 B

以下の実施例における水溶性顔料 1～4 は、粒径 10～300nm のカーボンブラックの表面に、酸化処理により末端がカルボニル基、カルボキシル基、ヒドロキシル基、スルホン基を有する基を有した水溶性顔料を意味する。また、水溶性顔料の平均粒径はカッコ内に nm 単位

【0106】また、以下の実施例 B において用いた式 (1) の化合物は T が水素原子の化合物である。

実施例 B 1

水溶性顔料 1 (105)

式 (1) の化合物 B 1

DEGmBE

高分子微粒子 A

ジエチレングリコール

2-ピロリドン

トリエタノールアミン

イオン交換水

式 (1) の化合物 B 1 は、R が Ra-ネオペンチル基 (Ra- (2, 2-ジメチル) プロピル基) であり、 $n+n'$ が 3 であり、 $m+m'$ が 1.5 である式 (1) の化合物である。

【0110】実施例 B 2

水溶性顔料 2 (85) 4.5

式 (1) の化合物 B 2 10.0

高分子微粒子 A 3.0

【0107】また、以下において水溶性染料 1 はダイレクトブラック 154、水溶性染料 2 はダイレクトイエロー 132、水溶性染料 3 はダイレクトブルー 86、水溶性染料 4 はアシッドレッド 52 である。

【0108】また、以下の全てのインク組成物には、インクの腐食防止のためプロキセル XLE-2 を 0.1 から 1%、インクジェットヘッド部材の腐食防止のためベンゾトリアゾールを 0.001 から 0.05% 添加した。

【0109】

添加量 (重量%)

5.0

8.0

2.0

3.0

16.0

5.0

0.8

残量

ジプロピレングリコール 5.0

サーフィノール 465 1.2

トリエタノールアミン 0.9

イオン交換水

残量

式 (1) の化合物 B 2 は、R が Ra-t-ブチル基 (Ra- (1, 1-ジメチル) エチル基) であり、 $n+n'$ が 3 であり、 $m+m'$ が 1.3 である式 (1) の化合物である。

【0111】実施例 B 3

水溶性顔料 3 (90)	5. 5
式 (1) の化合物 B 3	2. 0
高分子微粒子 B	10. 0
ジエチレングリコール	7. 0
チオジグリコール	3. 5
1, 6-ヘキサジオール	5. 0
トリエタノールアミン	1. 0
水酸化カリウム	0. 1
イオン交換水	残量

式 (1) の化合物 B 3 は、R が R a-1, 3-ジメチルブチル基 (R a-1, 3-ジメチル) ブチレン基) であり、 $n+n'$ が 3 であり、 $m+m'$ が 1. 5 である式 (1) の化合物である。

【0112】実施例 B 4

水溶性顔料 4 (80)	5. 0
水溶性染料 1	1. 0
式 (1) の化合物 B 4	8. 0
TEGmBE	3. 0
高分子微粒子 C	1. 0
ジエチレングリコール	3. 0
1, 5-ペンタンジオール	2. 0
ジメチル-2-イミダゾリジノン	2. 0
安息香酸ナトリウム	0. 1
トリエタノールアミン	0. 7
イオン交換水	残量

式 (1) の化合物 B 4 は、R が R a-1-イソブチル基 (1-メチルプロペニル基) であり、 $n+n'$ が 3 であり、 $m+m'$ が 0. 5 である式 (1) の化合物である。

【0113】実施例 B 5

水溶性顔料 1 (105)	3. 0
水溶性染料 1	1. 0
式 (1) の化合物 B 5	7. 0
DEGmBE	2. 0
高分子微粒子 D	1. 0
グリセリン	14. 0
トリエタノールアミン	0. 9
イオン交換水	残量

式 (1) の化合物 B 5 は、R が R a-n-ヘキシル基 (R a-n-ヘキシレン基) であり、 $n+n'$ が 4 であり、 $m+m'$ が 2 である式 (1) の化合物 50 重量%と、R が R a-2-エチルヘキシル基 (R a-2-エチルヘキシレン基) であり、 $n+n'$ が 4 であり、 $m+m'$ が 0 である式 (1) の化合物 50 重量%の混合物である。

【0114】実施例 B 6

水溶性染料 2	5. 0
式 (1) の化合物 B 6	6. 0
TEGmBE	4. 0
グリセリン	15. 0

チオジグリコール	2. 0
1, 5-ペンタンジオール	1. 0
トリエタノールアミン	0. 9
イオン交換水	残量

式 (1) の化合物 B 6 は、R が R a-1, 1-ジメチルブチル基 (R a-1, 1-ジメチルブチレン基) であり、 $n+n'$ が 4 であり、 $m+m'$ が 1 である式 (1) の化合物である。

【0115】実施例 B 7

10 水溶性染料 3	5. 0
式 (1) の化合物 B 7	10. 0
DEGmBE	3. 0
グリセリン	5. 0
トリメチロールプロパン	1. 0
トリメチロールエタン	1. 0
サーフィノール 465	1. 0
トリエタノールアミン	0. 5
KOH	0. 05
イオン交換水	残量

20 式 (1) の化合物 B 7 は、R が R a-1, 3-ジメチルブチル基 (R a-1, 3-ジメチルブチレン基) であり、 $n+n'$ が 3 であり、 $m+m'$ が 1 である式 (1) の化合物 50 重量%と、R が R a-n-ヘブチル基 (R a-n-ヘブチレン基) であり、 $n+n'$ が 3. 5 であり、 $m+m'$ が 1 である式 (1) の化合物 50 重量%との混合物である。

【0116】実施例 B 8

水溶性染料 4	5. 5
式 (1) の化合物 B 8	6. 0
30 グリセリン	5. 0
ジエチレングリコール	5. 0
テトラプロピレングリコール	5. 0
トリエタノールアミン	0. 9
KOH	0. 1
イオン交換水	残量

式 (1) の化合物 B 8 は、R が R a-ネオペンチル基 (R a-(2, 2-ジメチル) プロピレン基) であり、 $n+n'$ が 1. 0 であり、 $m+m'$ が 0. 3 である式 (1) の化合物と、R が R a-n-ペンチル基 (R a-n-ペンチレン基) であり、 $n+n'$ が 2. 5 であり、 $m+m'$ が 1. 0 である式 (1) の化合物 30 重量%と、R が R a-イソペンチル基 (R a-(1-メチル) ブチレン基) であり、 $n+n'$ が 3. 0 であり、 $m+m'$ が 1. 5 である式 (1) の化合物 20 重量%との混合物である。

【0117】印字評価試験

上記の実施例 B 1~8 のインク組成物について、実施例 A 1~8 および比較例 B 1~3 と同様の印字評価試験を行い、得られた印刷物のにじみを評価した。その結果は下記の表に示されるとおりであった。

【0118】

【表2】

	実施例 B							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Conqueror	A	A	A	A	A	A	A	A
Favorit	A	A	A	A	A	A	A	A
Modo Copy	A	A	A	A	A	A	A	A
Rapid Copy	A	A	A	A	A	A	A	A
EPSON EPP	A	A	A	A	A	A	A	A
Xerox P	A	A	A	A	A	A	A	A
Xerox 4024	A	A	A	A	A	A	A	A
Xerox 10	A	A	A	A	A	A	A	A
Neenha Bond	A	A	A	A	A	A	A	A
Ricopy 6200	A	A	A	A	A	A	A	A
Yamayuri	A	A	A	A	A	A	A	A
Xerox R	A	A	A	A	A	A	A	A

【0119】実施例 C

以下の実施例において使用した顔料1～4は以下のものである。

【0120】顔料1

スチレン-アクリル酸共重合体（重量平均分子量 25000、酸価200）樹脂4部、トリエタノールアミン2.7部、イソプロピルアルコール0.4部、およびイオン交換水72.9部を70℃の加温下で完全溶解させ

実施例 C1

顔料1

式(1)の化合物C1

DEGmBE

グリセリン

1,5-ペンタンジオール

トリエタノールアミン

イオン交換水

式(1)の化合物C1は、Rがネオペンチル基であり、nが1.0であり、mが1.5であり、TがSO₃M（Mはナトリウム）である式(1)の化合物である。

【0125】実施例 C2

顔料2 4.5

式(1)の化合物C2 10.0

ジブロピレングリコール 5.0

サーフィノール465 1.2

トリエタノールアミン 0.9

イオン交換水 残量

式(1)の化合物C2は、Rがt-ブチル基であり、nが1.0であり、mが2.0であり、TがSO₃M（Mはトリエタノールアミン）である式(1)の化合物である。

【0126】実施例 C3

顔料3 5.5

式(1)の化合物C3 10.0

ジエチレングリコール 7.0

チオジグリコール 3.5

1,6-ヘキサジオール 5.0

トリエタノールアミン 1.0

た。次にカーボンブラックMA-100（三菱化成株式会社製）20部を加え、プレミキシングを行った後、アイガーミル（アイガー・ジャパン社製）で顔料の平均粒子径が100nmになるまで分散を行い（ビーズ充填率70%、メディア径0.7mm）、顔料分散液として顔料1を得た。得られた顔料1の平均分散粒子径は、105nmであった。

【0121】顔料2

顔料1と同様の手法で顔料2の分散液を得た。顔料2の平均分散粒子径は85nmであった。

【0122】顔料3および4

カーボンブラックの表面を酸化処理（硝酸処理）して、その表面に末端がカルボニル基、カルボキシル基、ヒドロキシル基、および/またはスルホン基を有した基を導入し、顔料3および4を得た。それぞれ平均分散粒子径は90nmおよび80nmであった。

【0123】また、以下で染料1はダイレクトブラック154、染料2はダイレクトイエロー132、染料3はダイレクトブルー86、染料4はアシッドレッド52である。

【0124】

添加量（重量%）

5.0

15.0

2.0

6.0

5.0

0.8

残量

30 水酸化カリウム 0.1

イオン交換水 残量

式(1)の化合物C3は、Rが1,3ジメチルブチル基であり、nが0であり、mが4.5であり、TがSO₃M（MはH）である式(1)の化合物である。

【0127】実施例 C4

顔料4 5.0

染料1 1.0

式(1)の化合物C4 8.0

TEGmBE 3.0

40 ジエチレングリコール 3.0

1,5-ペンタンジオール 2.0

ジメチル-2-イミダゾリジノン 2.0

安息香酸ナトリウム 0.1

トリエタノールアミン 0.7

イオン交換水 残量

式(1)の化合物C4は、Rがイソブチル基であり、nが3.0であり、mが1.0であり、TがSO₃M（Mはアンモニア）である式(1)の化合物である。

【0128】実施例 C5

50 顔料1 3.0

染料 1 1.0
 式 (1) の化合物 C 5 7.0
 DEGmBE 2.0
 グリセリン 14.0
 トリエタノールアミン 0.9
 イオン交換水 残量
 式 (1) の化合物 C 5 は、R が n-ヘキシル基であり、n が 4.0 であり、m が 1.0 であり、T が SO₃ M (M はカリウム) である式 (1) の化合物 50 重量%と、R が 2-エチルヘキシル基であり、n が 2.0 であり、m が 1.0 であり、T が SO₃ M (M はカリウム) である式 (1) の化合物 50 重量%との混合物である。

【0129】実施例 C 6

染料 2 5.0
 式 (1) の化合物 C 6 6.0
 TEGmBE 4.0
 グリセリン 15.0
 チオジグリコール 2.0
 1,5-ペンタンジオール 1.0
 トリエタノールアミン 0.9
 イオン交換水 残量
 式 (1) の化合物 C 4 は、R が 1,1-ジメチルブチル基であり、n が 7.0 であり、m が 1.0 であり、T が SO₃ M (M はリチウム) である式 (1) の化合物である。

【0130】実施例 C 7

染料 3 5.0
 式 (1) の化合物 C 7 10.0
 DEGmBE 3.0
 グリセリン 5.0
 トリメチロールプロパン 1.0
 トリメチロールエタン 1.0
 サーフィノール 465 1.0
 トリエタノールアミン 0.5
 KOH 0.05
 イオン交換水 残量
 式 (1) の化合物 C 4 は、R が n-ブチル基であり、n が 9.0 であり、m が 1.0 であり、T が SO₃ M (M はナトリウム) である式 (1) の化合物 50 重量%と、R が n-ヘプチル基であり、n が 3.5 であり、m が 2.0 であり、T が SO₃ M (M はカリウム) である式 (1) の化合物 50 重量%との混合物である。

【0131】実施例 C 8

染料 4 5.5
 式 (1) の化合物 C 8 6.0

グリセリン 5.0
 ジエチレングリコール 5.0
 テトラプロピレングリコール 5.0
 トリエタノールアミン 0.9
 KOH 0.1
 イオン交換水 残量

式 (1) の化合物 C 8 は、R がネオペンチル基であり、n が 0 であり、m が 1.0 であり、T が SO₃ M (M はカリウム) である式 (1) の化合物 50 重量%と、R が n-ペンチル基であり、n が 2.5 であり、m が 1.0 であり、T が SO₃ M (M はアンモニア) である式 (1) の化合物 30 重量%と、R がイソペンチル基であり、n が 3.0 であり、m が 1.5 であり、T が SO₃ M (M はナトリウム) である式 (1) の化合物 20 重量%との混合物である。

【0132】比較例 C

比較例 C 1

染料 1 5.0
 グリセリン 10.0
 分散剤 3.0
 非イオン系界面活性剤 1.0
 イオン交換水 残量
 非イオン系界面活性剤：ノイゲン EA160 (第一工業製薬株式会社製)

【0133】比較例 C 2

染料 2 5.5
 DEGmME 7.0
 ジエチレングリコール 10.0
 2-ピロリドン 5.0
 イオン交換水 残量

【0134】比較例 C 3

染料 3 5.5
 染料 1 2.5
 ジエチレングリコール 10.0
 非イオン系界面活性剤 1.0
 イオン交換水 残量

非イオン系界面活性剤：エパン 450 (第一工業製薬株式会社製)

【0135】印字評価試験

上記の実施例 C 1~8 および比較例 C 1~3 のインク組成物について、実施例 A 1~8 および比較例 B 1~3 と同様の印字評価試験を行い、得られた印刷物のにじみを評価した。その結果は下記の表に示されるとおりであった。

【0136】

【表 3】

	実 施 例 C								比較例 C		
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3
Conqueror	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C	C
Favorit	A	A	A	A	A	A	A	A	D	D	D
Modo Copy	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D
Rapid Copy	A	A	A	A	A	A	A	A	D	D	D
EPSON EPP	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C	D
Xerox P	A	A	A	A	A	A	A	A	C	C	D
Xerox 4024	A	A	A	A	A	A	A	A	D	D	D
Xerox 10	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D
Neenha Bond	A	A	A	A	A	A	A	A	C	D	D
Ricopy 6200	A	A	A	A	A	A	A	A	D	C	D
Yamayuri	A	A	A	A	A	A	A	A	D	D	D
Xerox R	A	A	A	A	A	A	A	A	D	D	D

【0137】保存安定性試験

実施例 C 1～8 のインクをガラス製のサンプル瓶に入れ、密栓後、それぞれ 60℃/1 週間で放置した。放置前後でのインクの発生異物、物性値（粘度、表面張力）について調べた。その結果、いずれのインクも異物の発生、物性値の変化が殆ど無かった。

【0138】実施例 D

顔料分散液

以下の実施例 D 1～4 において用いた顔料分散液は、下記のように調製した。まず、スチレン-アクリル酸共重合体（重量平均分子量 25000、酸価 200）樹脂 4 部、トリエタノールアミン 2.7 部、イソプロピルアルコール 0.4 部、およびイオン交換水 72.9 部を 70℃ の加温下で完全溶解させた。次にカーボンブラック MA-100（三菱化成株式会社製）20 部を加え、ブレミキシングを行った後、アイガーミル（アイガー・ジャ

実施例 D 1

顔料分散液 1

式 (1) の化合物 D 1

DEGmBE

グリセリン

1, 5-ペンタンジオール

トリエタノールアミン

イオン交換水

式 (1) の化合物 D 1 は、R がネオペンチル基であり、n が 3 であり、m が 1.5 である式 (1) の化合物である。

【0142】実施例 D 2

顔料分散液 4.5

式 (1) の化合物 D 2 10.0

ジプロピレングリコール 5.0

サーフィノール 465 1.2

トリエタノールアミン 0.9

イオン交換水 残量

式 (1) の化合物 D 2 は、R が t-ブチル基であり、n が 3 であり、m が 1.3 である式 (1) の化合物である。

【0143】実施例 D 3

顔料分散液 5.5

20

バン社製）で顔料の平均粒子径が 100 nm になるまで分散を行い（ビーズ充填率 70%、メディア径 0.7 mm）、顔料分散液を得た。得られた顔料の平均分散粒子径は 105 nm であった。

【0139】水溶性顔料

以下の実施例 D 5 の水溶性顔料は、カーボンブラックの表面を酸化処理（硝酸処理）し、その表面に末端がカルボニル基、カルボキシ基、ヒドロキシ基、および/またはスルホン基を有した基を導入した水溶性顔料を意味する。その平均分散粒子径は 120 nm であった。

【0140】また、以下の実施例 D において用いた式 (1) の化合物は、EO が $-CH_2CH_2O-$ を表し、PO が $-CH(CH_3)-CH_2O-$ を表し、T が水素原子を表し、R- (EO)ⁿ- (PO)^m-T の順で結合してなる式 (1) の化合物の混合物である

【0141】

添加量（重量%）

5.0

8.0

2.0

6.0

5.0

0.8

残量

式 (1) の化合物 D 3 10.0

ジエチレングリコール 7.0

チオジグリコール 3.5

1, 6-ヘキサジオール 5.0

トリエタノールアミン 1.0

水酸化カリウム 0.1

イオン交換水 残量

式 (1) の化合物 D 3 は、R が 1, 3 ジメチルブチル基であり、n が 3 であり、m が 1.5 である式 (1) の化合物である。

【0144】実施例 D 4

顔料分散液 5.0

式 (1) の化合物 D 4 8.0

TEGmBE 3.0

ジエチレングリコール 3.0

50

31

1、5-ペンタンジオール 2. 0
ジメチル-2-イミダゾリジノン 2. 0
安息香酸ナトリウム 0. 1
トリエタノールアミン 0. 7
イオン交換水 残量
式(1)の化合物D4は、Rがイソブチル基であり、nが3であり、mが0. 5である式(1)の化合物である。

【0145】実施例D5

水溶性顔料 3. 0
式(1)の化合物D5 7. 0
DEGmBE 2. 0
グリセリン 14. 0
トリエタノールアミン 0. 9
イオン交換水 残量
式(1)の化合物D5は、Rがn-ヘキシル基であり、nが4であり、mが2である式(1)の化合物50重量%と、Rが2-エチルヘキシル基であり、nが4であり、mが0である式(1)の化合物50重量%との混合物である。

【0146】評価試験

上記の実施例D1~D5を用い、Conqueror紙、Favorit紙、Modo Copy紙、Rap id Copy紙、EPSON EPP紙、Xerox 4024紙、Xerox 10紙、Neenha Bond紙、Ricopy 6200紙、やまゆり紙、およびXerox R紙に印字を行い、その印字画像のエッジのシャープ度および速乾性を以下の基準で評価した。なお、その評価結果は上記の種々の紙に対する平均値とした。

【0147】評価項目1：エッジシャープ度

評価A：殆どの印画パターンでにじみがなくエッジがシャープであり、紙種による差も無い。

評価B：印画パターンにより若干エッジが乱れるが実用上問題なく、紙種による差も小さい。

実施例E1

水溶性顔料1(105) 5. 0
式(1-1)の化合物E1 1. 0
式(1-2)の化合物E1 1. 0
DEGmBE 3. 0
高分子微粒子A 3. 0
ジエチレングリコール 16. 0
2-ピロリドン 5. 0
イオン交換水 残量

式(1-1)の化合物E1は、R1がネオペンチル基であり、n1が3であり、m1が1. 5である式(1)の化合物である。また、式(1-2)の化合物E1は、Rがヘキシル基であり、n2が5であり、m2が2である式(1)の化合物である。

【0155】実施例E2

32

評価C：全ての紙種、もしくは一部の紙種で印画パターンによりエッジが乱れ、画像がぼやけて実用に耐えない。

【0148】評価項目2：速乾性

評価A：30秒後指でさわっても印字物が地汚れしない。

評価B：30秒後指でさわると印字物が地汚れする。その結果は下記の表に示されるとおりであった。

【0149】

実施例	D1	D2	D3	D4	D5
評価1	B	A	B	A	B
評価2	A	A	A	A	A

【0150】実施例E

以下の実施例における水溶性顔料1~4は、粒径1.0~300nmのカーボンブラックの表面に、酸化処理により末端がカルボニル基、カルボキシ基、ヒドロキシ基、スルホン基を有する基を有した水溶性顔料を意味する。また、水溶性顔料の平均粒径はカッコ内にnm単位で示される通りであった。

20 【0151】また、以下の実施例Eにおいて用いた式(1)の化合物は、Tが水素原子を表し、R-(EO)n1-(PO)m1-Tの順で結合してなる式(1)の化合物と、Tが水素原子を表し、R-(PO)m2-(EO)n2-Tの順で結合してなる式(1)の化合物との混合物である。以下、前者を式(1-1)の化合物、後者を式(1-2)の化合物と呼ぶ。

【0152】また、以下において水溶性染料1はダイレクトブラック154、水溶性染料2はダイレクトイエロー132、水溶性染料3はダイレクトブルー86、水溶性染料4はアシッドレッド52である。

【0153】また、以下の全てのインク組成物には、インクの腐食防止のためプロキセルXL-2を0. 1から1%、インクジェットヘッド部材の腐食防止のためベンゾトリアゾールを0. 001から0. 05%添加した。

【0154】

添加量(重量%)

5. 0
1. 0
1. 0
3. 0
3. 0
16. 0
残量
水溶性顔料2(85) 4. 5
式(1-1)の化合物E2 2. 0
式(1-2)の化合物E2 1. 0
高分子微粒子A 3. 0
ジプロピレングリコール 5. 0
サーフィノール465 1. 2

50

イオン交換水 残量
式 (1 - 1) の化合物 E 2 は、R が *t*-ブチル基であり、 n_1 が 3 であり、 m_1 が 1. 3 である式 (1) の化合物である。また、式 (1 - 2) 化合物 E 2 は、R が *i*-ブチル基であり、 n_2 が 3 であり、 m_2 が 1 である式 (1) の化合物である。

【 0 1 5 6 】 実施例 E 3

水溶性顔料 3 (9 0)	5. 5
式 (1 - 1) の化合物 E 3	1. 0
式 (1 - 2) の化合物 E 3	2. 0
高分子微粒子 B	1 0. 0
ジエチレングリコール	7. 0
チオジグリコール	3. 5
1, 6-ヘキサンジオール	5. 0
水酸化カリウム	0. 1
イオン交換水	残量
式 (1 - 1) の化合物 E 3 および式 (1 - 2) の化合物 E 3 は、R が 1, 3-ジメチルブチル基であり、 $n_1 + n_2$ が 3 であり、 $m_1 + m_2$ が 1. 5 である式 (1) の化合物である。	

【 0 1 5 7 】 実施例 E 4

水溶性顔料 4 (8 0)	5. 0
水溶性染料 1	1. 0
式 (1 - 1) の化合物 E 4	4. 0
式 (1 - 2) の化合物 E 4	4. 0
T E G m B E	3. 0
高分子微粒子 C	1. 0
ジエチレングリコール	3. 0
1, 5-ペンタンジオール	2. 0
ジメチル-2-イミダゾリジノン	2. 0
安息香酸ナトリウム	0. 1
トリエタノールアミン	0. 7
イオン交換水	残量
式 (1 - 1) の化合物 E 4 および式 (1 - 2) の化合物 E 4 は、R がイソブチル基であり、 $n_1 + n_2$ が 3、 $m_1 + m_2$ が 0. 5 である式 (1) の化合物である。	

【 0 1 5 8 】 実施例 E 5

水溶性顔料 1 (1 0 5)	3. 0
水溶性染料 1	1. 0
式 (1 - 1) の化合物 E 5	4. 0
式 (1 - 2) の化合物 E 5	3. 0
D E G m B E	2. 0
高分子微粒子 D	1. 0
グリセリン	1 0. 0
ジエチレングリコール	4. 0
イオン交換水	残量
式 (1 - 1) の化合物 E 5 および式 (1 - 2) の化合物 E 5 は、それぞれ、R が <i>n</i> -ヘキシル基であり、 $n_1 + n_2$ が 4 であり、 $m_1 + m_2$ が 2 である式 (1) の化合物 5 0 重量%と、R が 2-エチルヘキシル基であり、 n	

1 + n_2 が 4 であり、 $m_1 + m_2$ が 0 である式 (1) の化合物 5 0 重量%との混合物である。

【 0 1 5 9 】 実施例 E 6

水溶性染料 2	5. 0
式 (1 - 1) の化合物 E 6	5. 0
式 (1 - 2) の化合物 E 6	1. 0
T E G m B E	4. 0
グリセリン	1 0. 0
チオジグリコール	2. 0
1, 5-ペンタンジオール	1. 0

イオン交換水 残量
式 (1 - 1) の化合物 E 6 および式 (1 - 2) の化合物 E 6 は、R が 1, 1-ジメチルブチル基であり、 $n_1 + n_2$ が 4 であり、 $m_1 + m_2$ が 1 である式 (1) の化合物である。

【 0 1 6 0 】 実施例 E 7

水溶性染料 3	5. 0
式 (1 - 1) の化合物 E 7	8. 0
式 (1 - 2) の化合物 E 7	2. 0
D E G m B E	3. 0
グリセリン	5. 0
トリメチロールプロパン	1. 0
トリメチロールエタン	1. 0
サーフィノール 4 6 5	1. 0
K O H	0. 0 5

イオン交換水 残量
式 (1 - 1) の化合物 E 7 および式 (1 - 2) の化合物 E 7 は、それぞれ、R が 1, 3-ジメチルブチル基であり、 $n_1 + n_2$ が 3 であり、 $m_1 + m_2$ が 1 である式 (1) の化合物 5 0 重量%と、R が *n*-ヘブチル基であり、 $n_1 + n_2$ が 3. 5 であり、 $m_1 + m_2$ が 1 である式 (1) の化合物との混合物である。

【 0 1 6 1 】 実施例 E 8

水溶性染料 4	5. 5
式 (1 - 1) の化合物 E 8	3. 0
式 (1 - 2) の化合物 E 8	3. 0
グリセリン	5. 0
ジエチレングリコール	5. 0
テトラプロピレングリコール	5. 0

イオン交換水 残量
式 (1 - 1) の化合物 E 8 および式 (1 - 2) の化合物 E 8 は、それぞれ、R がネオペンチル基であり、 $n_1 + n_2$ が 1. 0 であり、 $m_1 + m_2$ が 0. 3 である式 (1) の化合物 5 0 重量%と、R が *n*-ペンチル基であり、 $n_1 + n_2$ が 2. 5 であり、 $m_1 + m_2$ が 1. 0 である式 (1) の化合物 3 0 重量%と、R がイソペンチル基であり、 $n_1 + n_2$ が 3. 0 であり、 $m_1 + m_2$ が 1. 5 である式 (1) の化合物 2 0 重量%との混合物である。

【 0 1 6 2 】 印字評価試験

上記の実施例 E 1～8 のインク組成物について、実施例 A 1～8 および比較例 B 1～3 と同様の印字評価試験を行い、得られた印刷物のにじみを評価した。その結果は下記の表に示されるとおりであった。

【0163】

【表4】

	実 施 例 E							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Conqueror	A	A	A	A	A	A	A	A
Favorit	A	A	A	A	A	A	A	A
Wodo Copy	A	A	A	A	A	A	A	A
Rapid Copy	A	A	A	A	A	A	A	A
EPSON EPP	A	A	A	A	A	A	A	A
Xerox P	A	A	A	A	A	A	A	A
Xerox 4024	A	A	A	A	A	A	A	A
Xerox 10	A	A	A	A	A	A	A	A
Neenha Bond	A	A	A	A	A	A	A	A
Ricopy 6200	A	A	A	A	A	A	A	A
Yamayuri	A	A	A	A	A	A	A	A
Xerox R	A	A	A	A	A	A	A	A

フロントページの続き

(31) 優先権主張番号	特願平10-302819	Fターム(参考)	2C056 FC01
(32) 優先日	平成10年10月23日(1998. 10. 23)		2H086 BA02 BA53 BA55 BA56 BA59
(33) 優先権主張国	日本(JP)		BA62
(31) 優先権主張番号	特願平11-67158		4J039 AE07 BA04 BA13 BA29 BA35
(32) 優先日	平成11年3月12日(1999. 3. 12)		BA37 BC07 BC09 BC12 BC13
(33) 優先権主張国	日本(JP)		BC16 BC17 BC19 BC20 BC31
(72) 発明者 小 松 英 彦			BC33 BC36 BC39 BC54 BC55
長野県諏訪市大和三丁目3番5号 セイコ			BC60 BE01 BE03 BE04 BE05
ーエブソン株式会社内			BE06 BE08 BE12 BE22 CA03
			CA06 EA10 EA42 EA47 GA24

THIS PAGE BLANK (USPTO)